PRODCUTION OF ALPHA-OLEFIN OLIGOMER

Publication number: JP7118174 Publication date: 1995-05-09

Inventor: KAWASHIMA RIICHIRO; NAKAMURA HIROFUMI;

IWADE SHINJI

Applicant: MITSUBISHI CHEM CORP

Classification:

- international: B01J31/14; C07B61/00; C07C2/30; C07C11/02;

C08F4/69; C08F4/78; C08F10/00; C07B61/00; **B01J31/12; C07B61/00; C07C2/00; C07C11/00; C08F4/00; C08F10/00;** C07B61/00; (IPC1-7): C07B61/00; C07C11/02; B01J31/14; C07C2/30;

C08F4/78; C08F10/00

- European:

Application number: JP19930290055 19931026 **Priority number(s):** JP19930290055 19931026

Report a data error here

Abstract of JP7118174

PURPOSE:To provide a new process for the production of an alpha-olefin oligomer capable of producing an arbitrary alpha-olefin oligomer having a carbon number of >=7 from ethylene in high yield. CONSTITUTION:An alpha-olefin oligomer is produced by using a chromium-based catalyst. Ethylene and an alpha-olefin having a carbon number of (n) ((n) is integer of >=3) are oligomerized in the presence of a chromium-based catalyst consisting of a combination of at least a chromium compound, an amine or a metal amide and an alkylaluminum compound to obtain an alpha-olefin oligomer having a carbon number of n+4.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-118174

(43)公開日 平成7年(1995)5月9日

(51) Int.Cl. ⁶ C 0 7 C 11/02 B 0 1 J 31/14	識別記号 X	庁内整理番号 9280-4H 8017-4G	FΙ	技術表示箇所
C 0 7 C 2/30				
C 0 8 F 4/78	MFG			
10/00				
		審査請求	未請求 請求	項の数2 FD (全 6 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特願平5-290055		(71)出願人	
				三菱化学株式会社
(22)出願日	平成5年(1993)10月	₹26日		東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
			(72)発明者	川島 理一郎
				岡山県倉敷市潮通三丁目10番地 三菱化成
				株式会社水島工場内
			(72)発明者	中村 宏文

(72)発明者 岩出 慎二

岡山県倉敷市潮通三丁目10番地 三菱化成

岡山県倉敷市潮通三丁目10番地 三菱化成

株式会社水島工場内

株式会社水島工場内

(74)代理人 弁理士 岡田 数彦

(54) 【発明の名称】 α-オレフイン低重合体の製造方法

(57)【要約】

【目的】エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α-オレフイン低重合体を高収率で製造し得る新規な α - オレフイン低重合体の製造方法を提供する。

【構成】クロム系触媒を使用した α-オレフイン低重合 体の製造方法において、クロム系触媒として、少なくと も、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアルキルア ルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を使用 し、エチレンと炭素数がn(3以上の整数)のα-オレ フインの1種とを低重合させることにより、n+4の炭 素数を有するαーオレフイン低重合体を製造する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 クロム系触媒を使用したαーオレフイン 低重合体の製造方法において、クロム系触媒として、少 なくとも、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアル キルアルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を 使用し、エチレンと炭素数がη (3以上の整数)のα-オレフインの1種とを低重合させることを特徴とするn +4の炭素数を有するα-オレフイン低重合体の製造方

合物とが予め接触しない態様でαーオレフインとクロム 系触媒とを接触させる請求項1に記載のαーオレフイン 低重合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、α-オレフイン低重合 体の製造方法に関するものであり、詳しくは、エチレン を原料とし、炭素数が7以上の任意のα-オレフイン低 重合体を高収率で製造し得る α-オレフイン低重合体の 製造方法に関するものである。

[0002]

【従来の技術】従来から、エチレン等のα-オレフイン の低重合方法として、特定のクロム化合物と特定の有機 アルミニウム化合物の組み合せから成るクロム系触媒を 使用する方法が知られている。例えば、特公昭43-1 8707号公報には、一般式MXn で表され、クロムを 含むVIA族の遷移金属化合物(M)とポリヒドロカル ビルアルミニウムオキシド(X)から成る触媒系によ り、エチレンから1-ヘキセンを得る方法が記載されて いる。

【0003】また、特開平3-128904号公報に は、クロムーピロリル結合を有するクロム含有化合物と 金属アルキル又はルイス酸とを予め反応させて得られた 触媒を使用してα-オレフインを三量化する方法が記載 されている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の 各方法では、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任 意の α - オレフイン低重合体、例えば、1 - ヘプテン、 1-オクテン等を高収率で製造することは困難である。 【0005】本発明は、上記実情に鑑みなされたもので あり、その目的は、エチレンを原料とし、炭素数が7以 上の任意の α - オレフイン低重合体を高収率で製造し得 る新規なα-オレフイン低重合体の製造方法を提供する ことにある。

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記の目 的を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、特定のクロム系 触媒を使用することにより、上記の目的を容易に達成し

されたものであり、その要旨は、クロム系触媒を使用し た α -オレフイン低重合体の製造方法において、クロム 系触媒として、少なくとも、クロム化合物とアミン又は 金属アミドとアルキルアルミニウム化合物の組み合わせ から成る触媒系を使用し、エチレンと炭素数がn(3以 上の整数) のα-オレフインの1種とを低重合させるこ とを特徴とするn+4の炭素数を有する $\alpha-$ オレフイン 低重合体の製造方法に存する。

【0007】以下、本発明を詳細に説明する。本発明に 【請求項2】 クロム化合物とアルキルアルミニウム化 10 おいては、クロム系触媒として、少なくとも、クロム化 合物とアミン又は金属アミドとアルキルアルミニウム化 合物の組み合わせから成る触媒系を使用する。そして、 本発明の好ましい態様においては、後述の様に、クロム 化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触しな い態様でαーオレフインとクロム系触媒とを接触させ

> 【0008】本発明で使用するクロム化合物は、一般式 CrXnで表される。但し、一般式中、Xは、任意の有 機基または無機の基もしくは陰性原子、 nは1~6の整 20 数を表し、そして、nが2以上の場合、Xは同一または 相互に異なっていてもよい。クロムの価数は0価ないし 6 価であり、上記の式中のnとしては2以上が好まし

> 【0009】有機基としては、炭素数が通常1~30の 各種の基が挙げられる。具体的には、炭化水素基、カル ボニル基、アルコキシ基、カルボキシル基、β-ジケト ナート基、βーケトカルボキシル基、βーケトエステル 基およびアミド基などが例示れる。炭化水素基として は、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アル 30 キルアリール基、アラルキル基など等が挙げられる。無 機の基としては、硝酸基、硫酸基などのクロム塩形成基 が挙げられ、陰性原子としては、酸素、ハロゲン等が挙 げられる。

> 【0010】好ましいクロム化合物は、クロムのアルコ キシ塩、カルボキシル塩、 β – ジケトナート塩、 β – ケ トエステルのアニオンとの塩、または、クロムハロゲン 化物であり、具体的には、クロム(IV)tert-ブトキシ ド、クロム(III) アセチルアセトナート、クロム(III) トリフルオロアセチルアセトナート、クロム(III) ヘキ 40 サフルオロアセチルアセトナート、クロム (III) (2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタンジオナー ト)、Cr (PhCOCHCOPh)。(但し、ここでP hはフェニル基を示す。)、クロム(II)アセテート、ク ロム(III) アセテート、クロム(III) 2-エチルヘキサ ノエート、クロム(III) ベンゾエート、クロム(III) ナ フテネート、Cr (CH₂ COCHCOOCH₂)₂、塩 化第一クロム、塩化第二クロム、臭化第一クロム、臭化 第二クロム、ヨウ化第一クロム、ヨウ化第二クロム、フ ッ化第一クロム、フッ化第二クロム等が挙げられる。

得るとの知見を得た。本発明は、上記の知見を基に完成 50 【0011】また、上記のクロム化合物と電子供与体か

ら成る錯体も好適に使用することが出来る。電子供与体 としては、窒素、酸素、リン又は硫黄を含有する化合物 の中から選択される。

【0012】窒素含有化合物としては、ニトリル、アミ ン、アミド等が挙げられ、具体的には、アセトニトリ ル、ピリジン、ジメチルピリジン、ジメチルホルムアミ ド、N-メチルホルムアミド、アニリン、ニトロベンゼ ン、テトラメチルエチレンジアミン、ジエチルアミン、 イソプロピルアミン、ヘキサメチルジシラザン、ピロリ ドン等が挙げられる。

【0013】酸素含有化合物としては、エステル、エー テル、ケトン、アルコール、アルデヒド等が挙げられ、 具体的には、エチルアセテート、メチルアセテート、テ トラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテル、ジ メトキシエタン、ジグライム、トリグライム、アセト ン、メチルエチルケトン、メタノール、エタノール、ア セトアルデヒド等が挙げられる。

【0014】リン含有化合物としては、ヘキサメチルフ ォスフォルアミド、ヘキサメチルフォスフォラストリア ィンオキシド、トリエチルフォスフィン等が例示され る。一方、硫黄含有化合物としては、二硫化炭素、ジメ チルスルフォキシド、テトラメチレンスルフォン、チオ フェン、ジメチルスルフィド等が例示される。

【0015】従って、クロム化合物と電子供与体から成 る錯体例としては、ハロゲン化クロムのエーテル錯体、 エステル錯体、ケトン錯体、アルデヒド錯体、アルコー ル錯体、アミン錯体、ニトリル錯体、ホスフィン錯体、 チオエーテル錯体などが挙げられる。具体的には、Cr $rC1_3$ · (CH₃ CO₂ $n-C_4$ H₉), CrC1₃ - (CH $_3$ CO $_2$ C $_2$ H $_5$), CrCl $_3$ -3 (i-C 3 H7 OH), CrCl3 · 3 [CH3 (CH2) 3 C H (C2 H5) CH2 OH], CrCl3 · 3pyri dine, $CrCl_3 \cdot 2 (i-C_3 H_7 NH_2)$, [CrCl3 · 3CH3 CN] · CH3 CN, CrCl 3 · 3 P P h 3 、 C r C l 2 · 2 T H F 、 C r C l 2 · $2 pyridine, CrCl₂ \cdot 2 [(C₂ H₅)₂ N$ H], CrC12 · 2 CH3 CN, CrC12 · 2 [P (CH₃)₂ Ph] 等が挙げられる。

【0016】クロム化合物としては、炭化水素溶媒に可 溶な化合物が好ましく、クロムのβージケトナート塩、 カルボン酸塩、 β – ケトエステルのアニオンとの塩、 β -ケトカルボン酸塩、アミド錯体、カルボニル錯体、カ ルベン錯体、各種シクロペンタジエニル錯体、アルキル 錯体、フェニル錯体などが挙げられる。クロムの各種カ ルボニル錯体、カルベン錯体、シクロペンタジエニル錯 体、アルキル錯体、フェニル錯体としては、具体的に t, Cr (CO) 6, (C6 H6) Cr (CO) 3,

 $_{5}$ Cr (= CC₆ H₅ (OCH₃)), CpCrCl₂ (ここでСрはシクロペンタジエニル基を示す。)、(Cp* CrClCH₃)₂ (ここでCp* はペンタメチル シクロペンタジエニル基を示す。)、(CH3)2 CrC 1等が例示される。

【0017】クロム化合物は、無機酸化物などの担体に 担持して使用することも出来るが、担体に担持させず に、他の触媒成分と組み合わせて使用するのが好まし い。すなわち、本発明の好ましい態様に従い、後述する 10 特定の接触態様でクロム系触媒を使用するならば、クロ ム化合物の担体への担持を行わなくとも高い触媒活性が 得られる。そして、クロム化合物を担体に担持させずに 使用する場合は、複雑な操作を伴う担体への担持を省略 でき、しかも、担体の使用による総触媒使用量(担体と 触媒成分の合計量) の増大と言う問題をも回避すること が出来る。

【0018】本発明で使用するアミンは、1級または2 級のアミンである。1級アミンとしては、アンモニア、 エチルアミン、イソプロピルアミン、シクロヘキシルア ミド、トリエチルフォスファイト、トリプチルフォスフ 20 ミン、ベンジルアミン、アニリン、ナフチルアミン等が 例示され、2級アミンとしては、ジエチルアミン、ジイ ソプロピルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ジベンジ ルアミン、ピス (トリメチルシリル) アミン、モルホリ ン、イミダゾール、インドリン、インドール、ピロー ル、2、5-ジメチルピロール、3、4-ジメチルピロ ール、3、4 - ジクロロピロール、2、3、4、5 - テ トラクロロピロール、2-アシルピロール、ピラゾー ル、ピロリジン等が例示される。

【0019】本発明で使用する金属アミドは、1級また Cl₃・3THF、CrCl₃・3dioxane、C 30 は2級のアミンから誘導される金属アミドであり、具体 的には、1級または2級のアミンとIA族、IIA族、 I I I B族および I V B族から選択される金属との反応 により得られるアミドである。斯かる金属アミドとして は、具体的には、リチウムアミド、ナトリウムエチルア ミド、カルシウムジエチルアミド、リチウムジイソプロ ピルアミド、カリウムベンジルアミド、ナトリウムビス (トリメチルシリル) アミド、リチウムインドリド、ナ トリウムピロライド、リチウムピロライド、カリウムピ ロライド、カリウムピロリジド、アルミニウムジエチル 40 ピロライド、エチルアルミニウムジピロライド、アルミ ニウムトリピロライド等が挙げられる。

【0020】本発明においては、2級のアミン、2級の アミンから誘導される金属アミド又はこれらの混合物が 好適に使用される。特には、2級のアミンとしては、ピ ロール、2,5-ジメチルピロール、3,4-ジメチル ピロール、3, 4-ジクロロピロール、2, 3, 4, 5ーテトラクロロピロール、2-アシルピロール、2級の アミンから誘導される金属アミドとしては、アルミニウ ムピロライド、エチルアルミニウムジピロライド、アル (CO) 6 Cr (= CCH3 (OCH3))、(CO) 50 ミニウムトリピロライド、ナトリウムビロライド、リチ

ウムピロライド、カリウムピロライドが好適である。そ して、ピロール誘導体の中、ピロール環に炭化水素基を 有する誘導体が特に好ましい。

【0021】本発明において、アルキルアルミニウム化* R^1 n A1 (OR²) n H_p X_q

【0022】式中、 R^1 及び R^2 は、炭素数が通常 $1\sim$ 15、好ましくは1~8の炭化水素基であって互いに同 ーであっても異なっていてもよく、Xはハロゲン原子を 表し、mは $0 \le m \le 3$ 、nは $0 \le m \le 3$ 、pは $0 \le p \le m$ 3、 q は 0 ≤ q < 3 のそれぞれの数であって、しかも、 m+n+p+q=3である数を表す。

【0023】上記のアルキルアルミニウム化合物として は、例えば、下記一般式(2)で示されるトリアルキル※

ルミニウム化合物が好適に使用される。

··· (1)

※アルミニウム化合物、一般式(3)で示されるハロゲン 化アルキルアルミニウム化合物、一般式(4)で示され るアルコキシアルミニウム化合物、一般式(5)で水素 化アルキルアルミニウム化合物などが挙げられる。な 10 お、各式中の R^1 、Xおよび R^2 の意義は前記と同じで ある。

6

*合物としては、下記一般式(1)で示されるアルキルア

[0024]

【化2】

【化1】

R13 A 1 ··· (2) R^{1} , $A 1 X_{3-n}$ (m $\ 1.5 \le m < 3$) ··· (3)

 $R^{1} = A 1 (O R^{2})_{3-m}$

(mは0 < m < 3、好ましくは1. $5 \le m < 3$) ··· (4)

R¹ m A 1 H_{3-m} ... (5)

(mは0 < m < 3、好ましくは1. $5 \le m < 3$)

【0025】上記のアルキルアルミニウム化合物の具体 20 の範囲とされる。 例としては、トリメチルアルミニウム、トリエチルアル ミニウム、トリイソブチルアルミニウム、ジエチルアル ミニウムモノクロリド、ジエチルアルミニウムエトキシ ド、ジエチルアルミニウムヒドリド等が挙げられる。こ れらの中、ポリマーの副生が少ないと言う点でトリアル キルアルミニウムが特に好ましい。

【0026】本発明においては、上記の各触媒成分から 成る触媒系を使用してエチレンと炭素数がn (3以上の 整数) 0α - オレフインの1種とを低重合させる。そし T、炭素数がnの α -オレフインとして任意 α -オレフ 30 インを使用することにより、炭素数が7以上の任意のα - オレフイン低重合体を高収率で製造することが出来 る。

【0027】反応は、一般的な反応溶媒中で行うことも 出来るが、斯かる反応溶媒を使用せずに、エチレンや炭 素数がηのα-オレフインの1種を反応溶媒に利用する ことも出来る。一般的な反応溶媒としては、ブタン、ペ ンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、シクロヘキサ ン、メチルシクロヘキサン、デカリン等の直鎖状または 脂環式の飽和炭化水素などが挙げられる。

【0028】クロム化合物の使用量は、溶媒1リットル 当たり、通常 0. 1×10⁻³~5g、好ましくは1. 0 ×10⁻³~2gの範囲とされる。一方、アルキルアルミ ニウム化合物の使用量は、クロム化合物1g当たり、通 常0.1mmo1以上であるが、触媒活性および三量体 の選択率の観点から、5mmol以上とするのがよい。 そして、上限は、通常50mo1である。また、アミン 又は金属アミドの使用量は、クロム化合物1g当たり、 通常 0. 0 0 1 当量以上であり、好ましくは 0. 0 0 5 ~ 1000 当量、更に好ましくは $0.01\sim 100$ 当量 50 る場合、その何れか一方を反応器に予め導入しておくの

【0029】本発明においては、クロム化合物とアルキ ルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様でα-オ レフイン (エチレン及び炭素数がηのα-オレフイン) とクロム系触媒とを接触させることが好ましい。斯かる 接触態様によれば、エチレン2モルと炭素数がnのα-オレフイン1モルとの反応を選択的に行わせ、炭素数が 7以上の任意のα-オレフイン低重合体を高収率で製造 することが出来る。

【0030】上記の特定の接触態様は、具体的には、 「アミン又は金属アミド」についてアミンを以て表した 場合、(1)アミン及びアルキルアルミニウム化合物を 含む溶液中に α - オレフイン及びクロム化合物を導入す る方法、(2)クロム化合物およびアミンを含む溶液中 にα-オレフイン及びアルキルアルミニウム化合物を導 入する方法(3)クロム化合物を含む溶液中に α -オレ フイン、アミン及びアルキルアルミニウム化合物を導入 する方法、(4)アルキルアルミニウム化合物を含む溶 液中に αーオレフイン、クロム化合物およびアミンを導 入する方法、(5)クロム化合物、アミン、アルキルア 40 ルミニウム化合物およびα-オレフインをそれぞれ同時 かつ独立に反応器に導入する方法などによって行うこと が出来る。そして、上記の各溶液は、反応溶媒を使用し て調製される。

【0031】なお、上記において、「クロム化合物とア ルキルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様」と は、反応の開始時のみならず、その後の追加的なα-オ レフイン及び触媒成分の反応器への供給においても斯か る態様が維持されることを意味する。また、エチレンや 炭素数がηのα-オレフインの1種を反応溶媒に利用す 7

は自由である。

【0032】クロム化合物とアルキルアルミニウム化合 物とが予め接触する態様でクロム系触媒を使用した場合 に、α-オレフインの低重合反応の活性が低くなる理由 は、未だ詳らかではないが、次の様に推定される。

【0033】すなわち、クロム化合物とアルキルアルミ ニウムを接触させた場合、クロム化合物に配位している 配位子とアルキルアルミニウム化合物中のアルキル基と の間で配位子交換反応が進行すると考えられる。そし て、斯かる反応によって生成するアルキルークロム化合 10 のオートクレープには破裂板を備えた触媒フィード管を 物は、通常の方法で生成するアルキルークロム化合物と 異なり、それ自身不安定である。そのため、アルキルー クロム化合物の分解還元反応が優先して進行し、その結 果、α-オレフインの低重合反応に不適当な脱メタル化 が惹起され、αーオレフインの低重合反応の活性が低下

【0034】本発明において、炭素数がnのα-オレフ インとしては、炭素数が3~30の置換または非置換の α-オレフインが使用される。具体的には、プロピレ チルー1ーブテン、4ーメチルー1ーペンテン等が挙げ られる。本発明においては、エチレン2モルと炭素数が ηのα-オレフイン1モルとの反応 (三量化反応) が選 択的に行われるため、炭素数がηのαーオレフインのエ チレンに対する使用割合は特に制限されない。実際的に は、エチレン1モルに対し、炭素数がnの α -オレフイ ンが0.01~1000モルの割合とされ、所望の組成 分布を有する生成物が得られる様に適宜選択される。

【0035】反応温度としては、0~70℃の範囲が好 m²の範囲から選択し得るが、通常は、100kg/c m²の圧力で十分である。そして、滞留時間は、通常1 分から20時間、好ましくは0.5~6時間の範囲とさ れる。また、反応形式は、回分式、半回分式または連続 式の何れであってもよく、反応時に水素を共存させるな らば、触媒活性および三量体の選択率の向上が認められ ので好ましい。

【0036】反応液中の副生ポリマーの分離除去は、公 知の固液分離装置を適宜使用して行われ、回収された α 製には、通常、蒸留精製が採用され、目的とする成分を 高純度で回収することが出来る。本発明の製造方法によ って得られる α -オレフイン低重合体は、大部分が α -オレフインであり、従って、例えば、ポリマーの原料モ ノマーとして使用する他、硫化水素を付加させた後に酸 化することにより、界面活性剤原料として有用なスルホ ン酸類に変換することが出来る。

[0037]

(5)

【実施例】以下、本発明を実施例および比較例により更 に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を越えない限 り以下の実施例に限定されるものではない。

【0038】実施例1

150℃の乾燥器で加熱乾燥した2.4 リットルのオート クレーブを熱時に組み立てた後、真空窒素置換した。こ 備えた攪拌機を取り付けておいた。1-ヘキセン(98 0 m l) 、ピロール (1, 2 4 4 m m o l) の n ーヘプ タン溶液、トリエチルアルミニウム(8.000mmo 1) のn-ヘプタン溶液をオートクレーブの胴側に仕込 み、一方、触媒フィード管にn-ヘプタンにて溶液化し たクロム(III) 2-エチルヘキサノエート(200m g、0.420mmo1)を仕込んだ。1-ヘキセン及 び n - ヘプタンの全体量は1リットルであった。

【0039】 先ず、オートクレーブを60℃に加熱し、 ン、1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテン、3-メ 20 次いで、60℃でエチレンを触媒フィード管より導入し た。エチレン圧により破裂板が破裂し、クロム化合物が オートクレーブ胴側に導入されてエチレンの低重合が開 始された。全圧が35Kg/cm゜となる迄エチレンを 導入し、その後、全圧を35Kg/cm²に、温度を6 0℃に維持した。1時間後、オートクレーブ中にエタノ ールを圧入して反応を停止した。

【0040】オートクレーブの圧力を解除して脱ガスを 行った後、濾過機によって反応液中の副生ポリマー(主 としてポリエチレン)を分離除去してα-オレフイン低 ましい。一方、反応圧力は、常圧ないし250kg/c 30 重合体を回収した。ガスクロマトグラフによる α -オレ フイン低重合体の組成分析の結果などを表1に示した。 【0041】実施例2

> 実施例1において、1-ヘキセン980mlの代わり に、1-オクテン980m1を使用した以外は、実施例 1と同様の操作を行った。得られた結果を表1に示し

【0042】表中、α-オレフイン種類の「HEX」は 1-ヘキセン、「OCTE」は1-オクテンを表し、そ の量は、溶媒と合わせた全量を意味する。触媒効率の単 -オレフイン低重合体は、必要に応じて精製される。精40位は、 $g-\alpha-$ オレフイン/1 g-クロム化合物、触媒 活性の単位は、 $g-\alpha-オレフイン/1g-クロム・H$ rである。

> [0043] 【表 1 】

実 施 例 2 1 HEX(1)OCTE (1) αーオレフイン種類(量:L) 反応温度(℃) 60 60

(6)

特開平7-118174

g			
エチレン圧(Kg/cm²)	35	35	
反応時間(Hr)	1.0	1.0	
<生成物量(g) >	75. 2	111.4	
<組成分布(wt%) >			
C_{10}	29.2	4.3	
C_{12}	0.8	22.7	
C_4	18.4	13.7	
C_6	43.2	46.9	
C ₈	5.3	9.2	
C ₁₄₋₂₀	2.7	2.6	
C 2 2 - 3 0	0	0.1	
Wax	0	0	
<pe></pe>	0.4	0.6	
<触媒効率>	376	557	
<触媒活性>	3613	5355	

[0044]

【発明の効果】以上説明した本発明によれば、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフイン低

重合体を高収率で製造し得る新規なα-オレフイン低重 合体の製造方法が提供される。よって、本発明の工業的 価値は顕著である。

10

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶ 識別記号 庁内整理番号 F I

// C 0 7 B 61/00 3 0 0